

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)



EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG



Anmeldenummer: 83107855.5



Int. Cl.: **F 17 C 5/00**



Anmeldetag: 09.08.83



Priorität: 11.08.82 DE 3229921



Anmelder: Linde Aktiengesellschaft,
Abraham-Lincoln-Strasse 21, D-6200 Wiesbaden (DE)



Veröffentlichungstag der Anmeldung: 21.03.84
Patentblatt 84/12



Erfinder: Mehnass, Helmut, Dipl.-Ing.,
Domptaffenweg 121, D-8192 Geretsried (DE)



Benannte Vertragsstaaten: AT BE CH DE FR GB IT LI NL
SE



Vertreter: Schaefer, Gerhard, Dr., Linde
Aktiengesellschaft Zentrale Patentabteilung,
D-8023 Hölrlriegelkreuth (DE)



Verfahren zum gleichzeitigen Befüllen von mehreren mit Acetylen gefüllten Flaschen mit Lösungsmittel.



Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum gleichzeitigen Befüllen von mehreren mit Acetylen gefüllten Flaschen mit Lösungsmittel für das Acetylen. Dabei wird allen mit Acetylen gefüllten Flaschen gleichzeitig Hilfsgas, das im Lösungsmittel für das Acetylen im wesentlichen unlöslich ist, zugeführt. Allen mit Acetylen und dem Hilfsgas gefüllten Flaschen wird anschließend gleichzeitig das Lösungsmittel zugeführt. Um die aufgrund unterschiedlicher Fehlmengen verschiedenen Lösungsmittelinhalte der einzelnen Flaschen besser aneinander angleichen zu können sowie um den Hilfsgasverbrauch zu senken, wird vorgeschlagen, die mit Acetylen gefüllten Flaschen vor dem Einleiten des Hilfsgases auf eine über Umgebungstemperatur liegende Temperatur zu bringen.

1

5

10

Verfahren zum gleichzeitigen Befüllen von
mehreren mit Acetylen gefüllten Flaschen
mit Lösungsmittel

- 15 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum gleichzeitigen
Befüllen von mehreren mit Acetylen gefüllten Flaschen mit
Lösungsmittel für das Acetylen, bei dem allen mit Acetylen
gefüllten Flaschen gleichzeitig ein Hilfsgas, das im Lösungs-
mittel für das Acetylen im wesentlichen unlöslich ist, und
20 allen mit Acetylen und dem Hilfsgas gefüllten Flaschen
gleichzeitig das Lösungsmittel zugeführt wird.

Ein derartiges Verfahren ist durch die DE-OS 27 47 106 be-
kannt. Nach diesem Verfahren werden die zu Bündeln zusam-
25 mengefaßten Flaschen zunächst mit Acetylen gefüllt. Dieser
Vorgang nimmt mehrere Stunden in Anspruch. Das Nachfüllen
der erforderlichen Lösungsmittelmenge, die bei der dem Ace-
tylenfüllprozeß vorangegangenen Acetylenentnahme in Dampf-
form aus den Flaschen entwichen ist, erfolgt nach einer
30 längeren Pause, z.B. am Tag nach der Acetylenbefüllung.

Es ist nun festgestellt worden, daß mit dem bekannten
Verfahren die Fehlmengen an Lösungsmittel in jeder Fla-
sche nicht vollständig ergänzt werden können, so daß der
35 tatsächliche Lösungsmittelinhalt jeder Flasche nach dem

1 Nachfüllen des Lösungsmittels stets mehr oder weniger vom
Lösungsmittelinhalt der übrigen Flaschen abweicht. Außer-
dem ist zur Durchführung des bekannten Verfahrens eine rela-
tiv große Menge an Hilfsgas erforderlich.

5

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Ver-
fahren der eingangs beschriebenen Art anzugeben, mit dem
die aufgrund unterschiedlicher Fehlmengen verschiedenen
Lösungsmittelinhalt der einzelnen Flaschen besser aneinan-
10 der angeglichen werden können und das einen im Vergleich
zum bekannten Verfahren geringeren Hilfsgasverbrauch hat.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß
die mit Acetylen gefüllten Flaschen vor dem Einleiten des
15 Hilfsgases auf eine über Umgebungstemperatur liegende Tempe-
ratur gebracht werden.

Im Unterschied zum konventionellen Verfahren, bei dem das
Hilfsgas bei Umgebungstemperatur in die Flaschen gefüllt
20 worden ist, wird das Hilfsgas beim erfindungsgemäßen Ver-
fahren in Flaschen gefüllt, die eine gegenüber der Umge-
bungstemperatur höhere Temperatur besitzen. Es ist festge-
stellt worden, daß durch die erfindungsgemäße Maßnahme
in jede Flasche die jeweils fehlende Menge an Lösungsmittel
25 vollständig eingeleitet wird und somit die Lösungsmittel-
inhalte der einzelnen Flaschen erheblich besser aneinander
angeglichen werden.

Dieser Effekt dürfte auf den Einfluß der Temperatur auf
30 das freie Volumen innerhalb der Flaschen zurückzuführen
sein. Das freie Volumen einer Flasche ist das Volumen,
das nicht durch die aus Acetylen und dem Lösungsmittel
bestehende Lösung eingenommen wird. Da sich die Lösung
mit zunehmender Temperatur ausdehnt, nimmt die Lösung
35 beim erfindungsgemäßen Verfahren ein größeres Volumen ein

1 als beim herkömmlichen Verfahren. Demzufolge ist das freie
Volumen einer Flasche mit höherer Temperatur kleiner als
das einer Flasche mit z.B. Umgebungstemperatur. Mit zuneh-
mender Temperatur zweier gleichgroßer Flaschen mit unter-
5 schiedlichen Lösungsmengen ist die relative Ausdehnung
beider Lösungsmengen zwar gleich, das Verhältnis der freien
Volumina in den beiden Flaschen ändert sich jedoch. Ent-
hält eine Flasche bei Umgebungstemperatur eine größere
Lösungsmenge als eine andere Flasche, so steigt das Verhält-
10 nis des freien Volumens der Flasche mit der geringeren Lö-
sungsmenge zu dem der Flasche mit der größeren Lösungsmenge
mit zunehmender Temperatur an: Dem Verhältnis der freien
Volumina entsprechend teilen sich die dem Flaschenbündel
zugeführten Hilfgasrängen und nachfolgend in erster Näherung die Er-
15 gänzungsmengen an Lösungsmittel auf. Daher wird bei der erfindungs-
gemäßen, gegenüber Umgebungstemperatur erhöhten Flaschen-
temperatur einer Flasche, die im Vergleich zu einer ande-
ren Flasche eine kleinere Lösungsmenge enthält, relativ
mehr Lösungsmittel zugeführt als dies bei Umgebungstempe-
20 ratur der Fall ist.

Beispiel:

Es sollen zwei gleichgroße Flaschen A und B miteinander
25 verglichen werden. Bei Umgebungstemperatur nehme die aus
Acetylen und einem Lösungsmittel wie Aceton bestehende
Lösung in Flasche A 80% und in Flasche B 90% des Flaschen-
volumens ein. Findet das Einfüllen des Hilfgases nicht
bei Umgebungstemperatur, sondern bei einer höheren Tempe-
30 ratur statt, so nehmen die Lösungen ein beispielsweise
um 10% größeres Volumen ein: In Flasche A sind demgemäß
88% in Flasche B 99% des Volumens mit Lösung gefüllt.
Das Verhältnis der freien Volumina bei Umgebungstempera-
tur beträgt 2 : 1, bei der höheren Temperatur 12 : 1.
35 In diesem Verhältnis wird anschließend das Hilfgas

1 auf die Flaschen aufgeteilt. Das Lösungsmittel wird in erster Näherung ähnlich aufgeteilt, jedoch unterliegt die Aufteilung bekanntermaßen einer zusätzlichen Verstärkung, die durch Konzentrationsverschiebungen bedingt sind. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren, durch Temperaturerhöhung die freien Volumina der Flaschen unterschiedlich zu reduzieren, können nicht nur Lösungsmittelfehlmenngen der Flaschen vollständig ergänzt, d.h. die Lösungsmittelinhalt der Flaschen einander angeglichen werden. Vielmehr ist ein "Überausgleich" möglich. Das bedeutet, einer Flasche kann durch das erfindungsgemäße Verfahren mehr Lösungsmittel zugeleitet werden, als für den reinen Angleich erforderlich wäre. Der "Überausgleich" ist besonders vorteilhaft, weil durch diesen eine Lösungsmittelreserve für den nachfolgenden Entleerungsprozeß gebildet wird. Vor dem dem Entleerungsprozeß folgenden Füllvorgang unterscheiden sich die Lösungsmittelfehlmenngen weit-
15 aus weniger, als ohne "Überausgleich". Aus diesem Grund können die Acetylenfüllmenngen entsprechend erhöht werden, wodurch ein Acetylenbündel besser ausgenutzt wird.

20

Beispiel:

Die gleich großen Acetylenflaschen C und D werden miteinander verglichen. Der Flasche C fehlen 900g Lösungsmittel, der Flasche D 400g. Das Verhältnis der freien Volumina beträgt bei Umgebungstemperatur von 15 °C 1,6:1. Nach dem bekannten
25 Verfahren wurden der Flasche C 730g Lösungsmittel, der Flasche D 400g zugeführt. Nach dem neuen Verfahren werden die Flaschen z.B. auf 50 °C erwärmt. Das Verhältnis der freien Volumina hat sich zu 2,1:1 verschoben. Dadurch erhält nun
30 die Flasche C 950g Lösungsmittel, während der Flasche D auch wieder 400g zugeführt werden. Der Überausgleich von 50g Lösungsmittel für die Flasche C ist insofern vorteilhaft, weil diese bei der Entleerung mehr Lösungsmittel abgibt. Beim Acetylen-Füllprozeß ist mit geringeren Abweichungen bei den
35 Lösungsmittelmengen von Flasche zu Flasche zu rechnen, der

- 1 Lösungsmittelinhalt liegt - insgesamt betrachtet - höher.
Das Flaschenbündel kann daher höher mit Acetylen beladen werden.
- 5 Mit besonderem Vorteil wird durch das erfindungsgemäße Verfahren der Verbrauch an Hilfsgas im Vergleich zum herkömmlichen Verfahren gesenkt. Der Bedarf an Hilfsgas ist geringer, da das Hilfsgas nur das freie Volumen in den Flaschen füllt und das freie Volumen bei der erfindungsgemäßen Temperatur
- 10 kleiner ist als beim konventionellen Verfahren. Vorteilhafterweise werden dadurch auch Verunreinigungen des Acetylen durch das Hilfsgas reduziert.

In einer besonders vorteilhaften Variante des Erfindungsgedankens wird das Hilfsgas unmittelbar nach Beendigung des Acetylenfüllvorganges den durch die beim Lösen des Acetylen im Lösungsmittel freiwerdende Lösungswärme auf eine über Umgebungstemperatur liegende Temperatur erwärmten Flaschen zugeführt.

- 20 Beim bisherigen Verfahren wurde nach dem Acetylenfüllvorgang und vor dem Einfüllen des Hilfsgases eine Pause eingelegt, in der alle Flaschen eines Bündels dieselbe Temperatur, nämlich Umgebungstemperatur annehmen konnten. Im Unterschied dazu
- 25 wird in dieser erfindungsgemäßen Variante Hilfsgas unmittelbar nach dem Acetylenfüllvorgang in die Flaschen geleitet. Zu diesem Zeitpunkt liegt die Temperatur der Flaschen über der Umgebungstemperatur. Es hat sich als sehr vorteilhaft erwiesen, zum Ergänzen des Lösungsmittels die beim Acetylenfüllvorgang freiwerdende Lösungswärme, d.h. die durch die Lösungswärme verursachte höhere mittlere Temperatur der Flaschen zu nutzen, da diese Wärme stets beim Einfüllen von Acetylen in mit Lösungsmittel gefüllte Flaschen anfällt und somit kostenlos zur Verfügung steht.

1 Wegen der beträchtlichen Lösungswärme, die beim Lösen des Acetylens im Lösungsmittel frei wird, sowie der geringen Wärmeleitfähigkeit der üblicherweise im Flascheninnern vorhandenen porösen Masse wird die Flaschentemperatur erhöht, was dazu
5 führt, daß auch der Druck im Flascheninnern höher liegt als bei Umgebungstemperatur. Auch aus Gründen der Sicherheit ist daher das erfindungsgemäße Verfahren zweckmäßig. Er ermöglicht nämlich ein rasches Befüllen der Acetylenflaschen. Das ist vorteilhaft, da nach dem Einfüllen des Acetylens in die
10 Flaschen dessen Konzentration im Kopfbereich der Acetylenflasche besonders hoch ist und durch rasches Einfüllen des Hilfgases bzw. des Lösungsmittels die Acetylen-Lösungsmittel-Konzentration im kritischen Eingangsbereich schnell gesenkt werden kann.

15

Das erfindungsgemäße Verfahren besitzt wegen des geringen Hilfgasverbrauchs und der Möglichkeit, den Füllvorgang von Acetylenflaschen rasch durchführen zu können, einen erheblichen wirtschaftlichen Vorteil.

20

In einer weiteren Ausgestaltung des Erfindungsgedankens wird die Temperatur der Acetylenflaschen aus Sicherheitsgründen stets unter einer bestimmten Temperatur, beispielsweise unter 60 °C, gehalten.

25

Mit Vorteil wird in einer weiteren Variante der Erfindung die Flaschentemperatur durch Regeln der den Flaschen pro Zeiteinheit zugeführten Acetylenmenge geregelt.

30

35

1

5

10

Patentansprüche

- 15 1. Verfahren zum gleichzeitigen Befüllen von mehreren
mit Acetylen gefüllten Flaschen mit Lösungsmittel
für das Acetylen, bei dem allen mit Acetylen gefüllten
Flaschen gleichzeitig ein Hilfsgas, das im Lösungs-
mittel für das Acetylen im wesentlichen unlöslich
20 ist, und allen mit Acetylen und dem Hilfsgas gefüllten
Flaschen gleichzeitig das Lösungsmittel zugeführt wird,
dadurch gekennzeichnet, daß die mit Acetylen gefüllten
Flaschen vor dem Einleiten des Hilfsgases auf eine
über Umgebungstemperatur liegende Temperatur gebracht
25 werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß
das Hilfsgas unmittelbar nach Beendigung des Acetylen-
füllvorganges den durch die beim Lösen des Acetylen
30 im Lösungsmittel freiwerdende Lösungswärme auf eine
über Umgebungstemperatur liegende Temperatur erwärmten
Flaschen zugeführt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeich-
35 net, daß die Temperatur der Flaschen stets unter 60°C
liegt.

- 1 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Flaschentemperatur durch Regeln der den Flaschen pro Zeiteinheit zugeführten Acetylenmenge geregelt wird.

5

10

15

20

25

30

THIS PAGE BLANK (USPTO)